

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-331079

(43)公開日 平成5年(1993)12月14日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>  
C 0 7 C 15/24  
B 0 1 D 9/02  
C 0 7 C 7/14

識別記号 庁内整理番号  
9280-4H  
B 6525-4D

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 9(全 7 頁)

(21)出願番号 特願平4-133764

(22)出願日 平成4年(1992)5月26日

(71)出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72)発明者 ▲つづ▼竪 勝彦

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

株式会社神戸製鋼所神戸本社内

(72)発明者 卜部 克文

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

株式会社神戸製鋼所神戸本社内

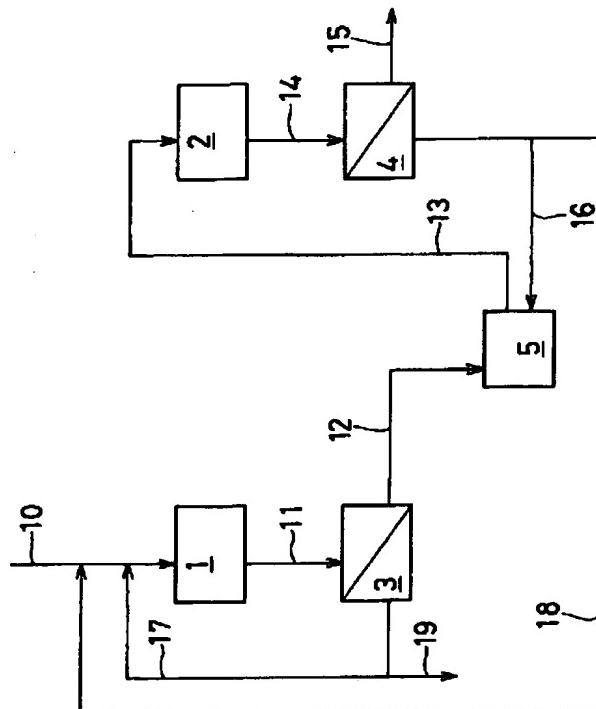
(74)代理人 弁理士 金丸 章一

(54)【発明の名称】 2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法

(57) 【要約】

【構成】 第一晶析缶1にて2,6-DIPN(ジイソプロピルナフタレン)と2,7-DIPNとを含む溶液状原料混合物から2,6-DIPNを晶析させ、生成したスラリーを圧搾濾過装置3にて50気圧以上の圧力で加圧圧搾し固液分離して2,6-DIPNを90%以上含有する粗結晶を生成し、次いで溶解缶5にて該粗結晶を含む精製用原料溶液を調整し、第二晶析缶2にて該溶液から2,6-DIPNを晶析させた後、これを遠心分離機4にて固液分離して2,6-DIPNを99%以上含有する高純度結晶に精製することを特徴とする2,6-DIPNの分離精製法。

**【効果】** 従来法（吸着分離法）に比し、高純度の2,6-DIPN結晶を高収率で生産し得、所要設備が簡単で設備費の低減が図れ、更にランニングコストを低減し得るようになる。その結果、次世代高機能プラスチックとして注目されているポリエチレンナフタレートの実用化及び普及促進に寄与し得るようになる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 2, 6-ジイソプロピルナフタレンと2, 7-ジイソプロピルナフタレンとを含む溶液状の原料混合物から2, 6-ジイソプロピルナフタレンを分離精製するに際し、該原料混合物を第一晶析缶に供給し、2, 6-ジイソプロピルナフタレンを晶析して該結晶を含むスラリーを形成し、該スラリーを圧搾濾過装置に供給し、50気圧以上の圧力で加圧圧搾して固液分離することにより、2, 6-ジイソプロピルナフタレンを90%以上含有する粗結晶を生成し、次いで少なくとも該粗結晶を溶解させて含ませた精製用原料溶液を調整し、これを第二晶析缶に供給し、2, 6-ジイソプロピルナフタレンを晶析させて該結晶を含むスラリーを形成し、該スラリーを遠心分離機に供給し、固液分離することにより、2, 6-ジイソプロピルナフタレンを99%以上含有する高純度結晶に精製することを特徴とする2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

【請求項2】 前記加圧圧搾のときの圧搾濾過圧を80~300気圧にする請求項1記載の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

【請求項3】 前記圧搾濾過装置から排出される濾液の一部を第三晶析缶に供給し、2, 6-ジイソプロピルナフタレンを晶析し、これを固液分離機で固液分離して結晶を分離した後、該結晶を前記精製用原料溶液中に溶解させることにより、この溶液中の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの濃度を85%以上に調整する請求項1又は2記載の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

【請求項4】 前記遠心分離機から排出される濾液の一部を前記粗結晶と混合し、前記精製用原料溶液中の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの濃度を85%以上に調整する請求項1、2又は3記載の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

【請求項5】 前記遠心分離機から排出される濾液の一部を前記第一晶析缶に供給する請求項1記載の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

【請求項6】 前記圧搾濾過装置から排出される濾液の一部を前記第一晶析缶にリサイクルする請求項1記載の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

【請求項7】 前記固液分離機から排出される濾液の一部を前記第三晶析缶にリサイクルする請求項3記載の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

【請求項8】 前記固液分離機が圧搾濾過装置よりなる請求項3記載の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

【請求項9】 前記圧搾濾過装置での圧搾濾過圧を80~300気圧にする請求項8記載の2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は2, 6-ジイソプロピルナフタレンの分離精製法に関し、詳細には、2, 6-ジイソプロピルナフタレン(以降、2, 6-DIPNと略記する)と2, 7-ジイソプロピルナフタレン(以降、2, 7-DIPNと略記する)とを含む溶液状の原料混合物から2, 6-DIPNを分離精製する方法であり、特に、次世代高機能プラスチックとして注目されているポリエチレンナフタレート(以降、PENと略記する)の原料として最も重要視されている2, 6-DIPNの分離精製法に関する。

## 10 【0002】

【従来の技術】PENは、2, 6-ナフタレンジカルボン酸(以降、2, 6-NDCAと略記する)をモノマーとし、これとエチレングリコールとを重合させて製造される高強度、高耐熱性の樹脂であり、長時間録画用VTRテープ用樹脂或いはリターナブルボトル用樹脂として一部実用化されているが、モノマーである2, 6-NDCAが高価格であることが、その普及を阻害している。2, 6-NDCAが高価格である原因としては、酸化処理費及び原料コストが高いこと、収率が低いこと等々があり、そのコストダウンの方策が各分野で種々の観点から検討されている。

【0003】2, 6-NDCAの製造法として、最も代表的な方法は、2, 6-DIPNを酸化して製造する方法であるが、この酸化反応には、高価なコバルト系触媒を大量に使用し、且つ2, 6-NDCAの異性体及び副反応物の分離精製が非常に困難であることから、この酸化工程での不純物生成を極力抑える必要があり、このためには原料の2, 6-DIPNを高純度に予め精製しておく必要があり、このことが以降のコストダウンに大きく寄与することになる。

【0004】2, 6-DIPNは、ナフタレンとプロピレンとから合成されるが、2, 7-DIPNその他の異性体が不可避的に副生成物として生成する。従って、高純度の2, 6-DIPNを得るには、この異性体混合物より、2, 6-DIPNのみを効率的に分離する技術が必要になる。この2, 6-DIPN体と2, 7-DIPN体とは、沸点が殆ど同じであるので、蒸留法の適用は困難であり、他の合理的な分離法の開発が急務となっている。最近、この分離法として、吸着分離法により2, 6-DIPN体を99%に精製する方法(以降、従来法という)が発表されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、前記従来法においては、設備費の問題の他、吸着剤の劣化による吸着剤の交換、補充及び再生工程の必要性からランニングコストが割高になることは避けられず、量産化に向けての分離技術としては、まだまだ多くの問題が残されている。従って、工業化に耐え得る2, 6-DIPNの分離精製法は未だ存在しない現状にあるといえる。

【0006】本発明はかかる現状に鑑みてなされたものであって、分離法としては省エネルギーの冷却晶析法を採用し、且つその合理化を図ることによって、設備費の低減を図り、更に、前記従来法よりも高純度の製品(2,

6-DIPNの高純度結晶)を高収率で生産し得ると共に、ランニングコストをも低減させ得る省エネ・高効率の2, 6-DIPNの分離精製法を提供し、以て2, 6-NDCAのコスト低減と共に引いてはPENの普及を促進することを目的とするものである。

#### 【0007】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明に係る2, 6-DIPNの分離精製法は次のような構成としている。即ち、請求項1記載の分離精製法は、2, 6-DIPNと2, 7-DIPNとを含む溶液状の原料混合物から2, 6-DIPNを分離精製するに際し、該原料混合物を第一晶析缶に供給し、2, 6-DIPNを晶析して該結晶を含むスラリーを形成し、該スラリーを圧搾濾過装置に供給し、50気圧以上の圧力で加圧圧搾して固液分離することにより、2, 6-DIPNを90%以上含有する粗結晶を生成し、次いで少なくとも該粗結晶を溶解させて含ませた精製用原料溶液を調整し、これを第二晶析缶に供給し、2, 6-DIPNを晶析させて該結晶を含むスラリーを形成し、該スラリーを遠心分離機に供給し、固液分離することにより、2, 6-DIPNを99%以上含有する高純度結晶に精製することを特徴とする2, 6-DIPN(2, 6-ジイソプロピルナフタレン)の分離精製法である。

【0008】請求項2記載の分離精製法は、前記加圧圧搾のときの圧搾濾過圧を80~300気圧にする請求項1記載の2, 6-DIPNの分離精製法である。請求項3記載の分離精製法は、前記圧搾濾過装置から排出される濾液の一部を第三晶析缶に供給し、2, 6-DIPNを晶析し、これを固液分離機で固液分離して結晶を分離した後、該結晶を前記精製用原料溶液中に溶解させることにより、この溶液中の2, 6-DIPNの濃度を85%以上に調整する請求項1又は2記載の2, 6-DIPNの分離精製法である。請求項4記載の分離精製法は、前記遠心分離機から排出される濾液の一部を前記粗結晶と混合し、前記精製用原料溶液中の2, 6-DIPNの濃度を85%以上に調整する請求項1、2又は3記載の2, 6-DIPNの分離精製法である。請求項5記載の分離精製法は、前記遠心分離機から排出される濾液の一部を前記第一晶析缶に供給する請求項1記載の2, 6-DIPNの分離精製法である。請求項6記載の分離精製法は、前記圧搾濾過装置から排出される濾液の一部を前記第一晶析缶にリサイクルする請求項1記載の2, 6-DIPNの分離精製法である。請求項7記載の分離精製法は、前記固液分離機から排出される濾液の一部を前記第三晶析缶にリサイクルする請求項3記載の2, 6-DIPNの分離精製法である。請求項8記載の分離精製法は、前記固液分離機が圧搾濾過装置よりなる請求項3記載の2, 6-DIPNの分離精製法である。請求項9記載の分離精製法は、前記圧搾濾過装置での圧搾濾過圧を80~300気圧にする請求項8記載の2, 6-DIPNの分離精製法である。

#### 【0009】

【作用】本発明に係る2, 6-DIPNの分離精製法は、冷却晶

析法を採用し、その晶析工程は濃縮工程と精製工程とで構成し、且つ冷却晶析法の正否を決定する固液分離機として濃縮工程には本出願人が開発した圧搾濾過装置を導入し、精製工程には通常の遠心分離機を導入して、少なくとも2段の晶析・分離を行うことにより、容易に99%以上に精製された2, 6-DIPNが高収率で得られるようにしている。又、上記圧搾濾過装置の導入により、汎用的な冷却晶析法の採用が可能になり、そのため量産化技術として確立されると共に、設備費及びランニングコストも従来法より大幅に低減し得るようになる。更に、圧搾濾過装置や遠心分離機から排出される濾液中の2, 6-DIPNを回収し得、この場合はプロセス収率をより一層高め得る。

【0010】即ち、本発明に係る2, 6-DIPNの分離精製法は、前記の如く、第一晶析缶にて2, 6-DIPNと2, 7-DIPNとを含む溶液状の原料混合物から2, 6-DIPNを晶析した後、圧搾濾過装置にて50気圧以上の圧力で加圧圧搾して固液分離することにより2, 6-DIPNを90%以上含有する粗結晶を生成し、次いで少なくとも該粗結晶を含ませた精製用原料溶液を調整し、第二晶析缶に供給し、2, 6-DIPNを晶析した後、遠心分離機での固液分離により2, 6-DIPNを99%以上含有する高純度結晶に精製するようしている。

【0011】上記第一晶析缶での晶析後、圧搾濾過装置での加圧により液相分が排出されて結晶分はケーキ状になり、圧搾によりケーキ内の結晶粒間の液相分が擠り出されるのでケーキ純度が向上し、2, 6-DIPNを90%以上含有する粗結晶が得られる。このとき、加圧圧搾による濃縮度(上記晶析後のスラリー中2, 6-DIPN濃度に対する上記加圧圧搾後の粗結晶中2, 6-DIPN濃度の比率)と回収率とは相反する関係にあり、粗結晶中2, 6-DIPN量(%)を増大させるように濃縮すると、その増大に伴って収率が低下するが、90%以上になるように濃縮した場合でも収率は比較的高く、例えば90~95%程度になるように濃縮した場合、従来法よりも収率が高い。

【0012】次いで、上記粗結晶を含ませた精製用原料溶液から第二晶析缶で2, 6-DIPNを晶析した後、遠心分離機で固液分離することにより、更に純度の高い結晶、即ち2, 6-DIPNの高純度結晶が得られる。このとき、得られる高純度結晶の純度と上記精製用原料溶液中の2, 6-DIPN濃度とは密接な関係にあり、高純度結晶の純度は、後者の溶液中に共存する不純物にも影響されるが、通常後者の2, 6-DIPN濃度が85%以上のとき、99%以上となる。一方、上記粗結晶は前記の如く2, 6-DIPNを90%以上含有するので、それをそのまま溶解することにより2, 6-DIPN濃度が85%以上の精製用原料溶液を得ることができる。故に、かかる精製用原料溶液を用いることにより、純度99%以上の高純度結晶が得られる。

【0013】従って、本発明に係る2, 6-DIPNの分離精製法によれば、前記従来法よりも高純度の製品(2, 6-DIPNの高純度結晶)を高収率で生産し得る。

【0014】又、本発明法に必要な設備は、第一晶析缶、圧搾濾過装置、精製用原料溶液調整用容器、第二晶析缶、遠心分離機、配管等からなる設備であるので、従来法（吸着分離法による方法）に比し、設備が簡単であり、設備費の低減が図れる。更に、従来法の如き吸着剤の交換、補充及び再生工程が不要であり、フィルタ交換等の簡単な部品交換をするだけであるので、従来法よりもランニングコストを大幅に低減し得る。又、本発明法は従来法よりも省エネルギーで高効率である。その結果、2,6-DIPNのコストも大幅に低減し得、例えば数百円/kg程度にまで低減し得る。

【0015】上記本発明法において、前記遠心分離機での固液分離後の高純度結晶中の2,6-DIPN含有量を99%以上としているのは、純度99%の2,6-DIPNの高純度結晶が得られる従来法よりも、高純度の2,6-DIPNの高純度結晶を得るためにある。前記加圧圧搾後の粗結晶中の2,6-DIPN含有量を90%以上としているのは、上記高純度結晶中の2,6-DIPN含有量を99%以上にするためである。又、前記加圧圧搾での圧力を50気圧以上としているのは、上記粗結晶中の2,6-DIPN含有量を90%以上にするためであり、50気圧未満では圧搾の液相分離効果が小さく、引いては純度99%以上の高純度結晶が得られなくなるからである。

【0016】前記加圧圧搾のときの圧搾濾過圧については、より一層の純度向上の点から80気圧以上にすることが望ましい。圧力の増大に伴って純度が向上するが、その効果は100気圧を超えると徐々に減少し、300気圧を超えると収率低下が大きくなると共に高圧に対応した圧搾濾過装置とする必要がある。従って、圧搾濾過圧は80～300気圧にすることが望ましい。

【0017】前述の如く、精製用原料溶液から第二晶析缶で2,6-DIPNを晶析した後、遠心分離機で固液分離するに際し、2,6-DIPN濃度が85%以上の精製用原料溶液を用いると、純度99%以上の高純度結晶が得られる。即ち、純度99%以上の高純度結晶を得るには精製用原料溶液中の2,6-DIPN濃度を85%以上にしておけばよい。

【0018】そこで、第三晶析缶を設け、前記圧搾濾過装置から排出される濾液の一部を該第三晶析缶に供給し、2,6-DIPNを晶析し、固液分離機（以降、第三晶析缶系固液分離機という）で固液分離して結晶を分離した後、該結晶を前記精製用原料溶液中に溶解させることにより、この溶液中の2,6-DIPN濃度を85%以上に調整するようになることが望ましく、それは上記濾液中の2,6-DIPNを有効利用し得るからである。更に、前記遠心分離機から排出される濾液の一部を前記粗結晶と混合し、精製用原料溶液中の2,6-DIPN濃度を85%以上に調整するようになると、該濾液中の2,6-DIPNを有効利用し得てよい。

【0019】又、前記第一晶析缶に対し、原料混合物の他に、前記遠心分離機から排出される濾液の一部、又は及び、前記圧搾濾過装置から排出される濾液の一部を

供給又はリサイクルするようにしてもよく、この場合は濾液中の2,6-DIPNも晶析し、その有効利用が図れる。

又、前記第三晶析缶系固液分離機から排出される濾液の一部を、前記第三晶析缶にリサイクルするようにしてもよく、この場合も濾液中の2,6-DIPNの有効利用が図れる。

【0020】上記第三晶析缶系固液分離機としては、通常の遠心分離機でもよいが、圧搾濾過装置を用いた方が高い収率が得られてよい。このとき、前記圧搾濾過装置10での圧搾濾過圧は、前述の圧搾濾過圧の場合と同様に純度、収率、装置の点から80～300気圧にすることが望ましい。

#### 【0021】

##### 【実施例】

（実施例1）実施例1に係る2,6-DIPNの分離精製プロセスのフローシートを図1に示す。先ず、2,6-DIPNと2,7-DIPNとを含む原料混合物（溶液）を配管10より第一晶析缶1に供給し、該晶析缶1にて所定温度に冷却することにより、2,6-DIPNの結晶を析出させ、生成したスラリーを配管11を介して圧搾濾過装置3に送給する。

【0022】ここで、圧搾濾過装置3の代表例を図2に示す。この圧搾濾過装置3は、筒状の高圧容器31と、その底部に装着され且つ上面にフィルタ34を固定した下蓋32と、加圧用ピストン33とで基本的に構成されており、容器31にはスラリー供給用の配管11が接続されている。

【0023】前記スラリー送給により所定量供給されると遮蔽弁35を開じ、次いでピストン33にて容器31内スラリーを加圧すると、液相分はフィルタ34を通して下蓋32内に設けられた排液ライン36及び排液管17を経て装置320外に排出される一方、結晶分はフィルタ34面にケーキ状に堆積する。さらに排液が進行すると、ピストン33にてケーキは圧搾され、ケーキ内の結晶粒間の液相分が搾り出され、ケーキ純度が向上する。この圧搾工程の完了後は容器31及びピストン33を引き上げ、フィルタ34上のケーキを自動取り出し装置（図示していない）にて取り出す。しかし後、この装置32に嵌合し、再度スラリー送給が開始される。ここで、上記加圧圧搾のときの圧搾濾過圧を50気圧以上にすることにより、2,6-DIPNを90%以上含有するケーキ即ち粗結晶が得られる。

【0024】次に、上記粗結晶を溶解缶5にて溶解し、これを精製用原料溶液として配管13を経て第二晶析缶2に供給し、2,6-DIPNを晶析させてスラリーとなし、これを配管14より遠心分離機4に供給し、固液分離して高純度結晶を得る。このとき、上記粗結晶の純度が90%以上であるので、高純度結晶は2,6-DIPNを99%以上含有するものになる。

【0025】尚、上記圧搾の際の濾液は配管19より系外に排出されるが、原料混合物中の2,6-DIPN濃度が比較的高い場合には、更に濾液からの回収を図るため、その一

部を配管17より第一晶析缶1にリサイクルするとよい。又、上記遠心分離機4から排出される濾液中の2,6-DIPNの回収を兼ねて、該濾液の一部を配管16から溶解槽5に供給し、粗結晶と混合して、2,6-DIPN濃度：85%以上の精製用原料溶液に調整し、これを第二晶析缶に供給することもできる。このとき、粗結晶の純度が90%以上であると共に溶解槽5への供給量を調整できるため、精製用原料溶液の濃度を上記85%以上にし得るのである。更に、遠心分離機4からの濾液の残部を第一晶析缶1に供給し、2,6-DIPNの回収率の向上を図ることもできる。

【0026】(実施例2) 実施例2に係る2,6-DIPNの分離精製プロセスのフローシートを図3に示す。前記実施例1の場合は、圧搾濾過装置3から排出される濾液中の2,6-DIPN濃度が回収不要な程度に低いときの例であるが、実施例2は元の液状原料混合物中の2,6-DIPN濃度が比較的高い場合の例を示すものである。

【0027】即ち、晶析缶で精製するスラリー濃度は、本発明の如く連続的に晶析する方式では、高々30～35%程度である。従って、原料混合物中の2,6-DIPN濃度が60～70%以上であると、第一晶析缶1での直接回収率は50%程度となる。そこで、圧搾濾過装置3の濾液の一部を配管17より第一晶析缶1にリサイクルしてその回収率を向上させるとよいが、原料濃度が高いと濾液中の濃度自体も相対的に高くなるので、リサイクルによる回収率向上にも限界がある。

【0028】そこで、図3に示す如く、新たに濾液からの回収を目的とした第三晶析缶6を設けてプロセス全体としての回収率向上を図ったものである。図3において、第一晶析缶1、圧搾濾過装置3、第二晶析缶2、遠心分離機4及び精製用原料溶解槽5これらを結合する配管とその目的、作用については、実施例1の図1と同様であるが、圧搾濾過装置3から排出される濾液の一部\*

\*は、第一晶析缶1にリサイクルし、残部が配管19を経て回収用の第三晶析缶6に供給される。

【0029】この第三晶析缶6では第一晶析缶1よりも低い温度で晶析され、残留2,6-DIPNの一部が析出してスラリーとなる。このスラリーを配管20より固液分離装置7に供給して固液分離を行い、得られた固体分は粗結晶としてライン21より溶解槽5に供給され、前述の圧搾濾過装置3で精製した第一晶析缶1系の粗結晶と混合する。一方、濾液は、更に2,6-DIPNの回収率を上げるために、一部は配管22を経て第三晶析缶6にリサイクルされ、残部は配管23より系外に排出される。

【0030】(実施例3) 2,6-DIPNを主成分とし、残部の殆どが2,7-DIPNであり、一部その他の異性体化合物を含む種々の組成の原料混合物(溶液)について、第一晶析缶1にて2,6-DIPNの結晶を析出させた後、圧搾濾過装置3、又は、遠心分離機により固液分離し、2,6-DIPNを含む粗結晶を得、その純度(2,6-DIPN含有量)及び収率を調べた。その結果を固液分離条件と共に表1に示す。尚、第一晶析缶1及び圧搾濾過装置3は実施例1の場合と同様のものであり、遠心分離機としては回転数:3000rpmの試験装置を用いた。

【0031】表1から明らかなように、上記固液分離即ち原料系の分離においては、圧搾濾過装置による場合は、遠心分離機による場合に比し、純度及び収率が高く、安定して90%以上に濃縮されている。特に、収率の点で数%も高く、大量処理が要求される2,6-DIPNの分離装置において収率の違いがランニングコストに大きく影響することを考えると、この数%の違いは大きな差異となる。従って、原料系の分離機としては圧搾濾過装置を用いる方が優れて好適であるといえる。

【0032】

【表1】

No	原 料 分 離 条 件			回 収 2, 6- 体 評 価		備 考
	2, 6- 体(%)	分 離 法	温 度 (°C)	純 度 %	回 収 率	
01	63.5	圧搾(80気圧)	40	94.8	41.5	本発明法
02	"	" (100気圧)	"	95.4	40.8	本発明法
03	"	遠心分離	"	92.8	36.6	比較例
04	51.4	圧搾(80気圧)	31	94.1	32.6	本発明法
05	"	" (100気圧)	"	93.5	33.1	本発明法
06	"	遠心分離	"	89.8	30.8	比較例
07	42.5	圧搾(100気圧)	26	92.5	19.5	本発明法
08	"	" (80気圧)	"	92.1	19.8	本発明法
09	"	遠心分離	"	87.6	17.6	比較例
10	87.5	遠心分離	62	99.5	16.0	本発明法
11	"	圧搾(100気圧)	"	98.2	17.1	比較例

(注) No. 1~9は、原料系の分離試験であり、10, 11は精製用原料の分離試験。

【0033】一方、精製用原料溶液の晶析後の分離、即ち精製系の分離においては、原料組成の違いによる結晶系の違いにも起因するが、圧搾濾過では結晶粒界中の母液の完全除去は不可能であるため99%以上への精製は困難である。これに対し、遠心分離機は99%以上に精製し得、精製系の分離に好適である。

#### 【0034】

【発明の効果】本発明に係る2, 6-DIPNの分離精製法によれば、従来法（吸着分離法による2, 6-DIPNの分離精製法）に比し、高純度の製品（2, 6-DIPNの高純度結晶）を高収率で生産し得、又、所要設備が簡単であって設備費の低減が図れ、更に、ランニングコストを低減し得ると共に、省エネルギー化及び高効率化が図れるようになる。その結果、2, 6-NDCAのコスト低減が図れ、引いてはPENの実用化及び普及促進に寄与し得るようになるとい\*

\* う効果を奏する。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1に係る2, 6-DIPNの分離精製プロセスのフローシートを示す図である。

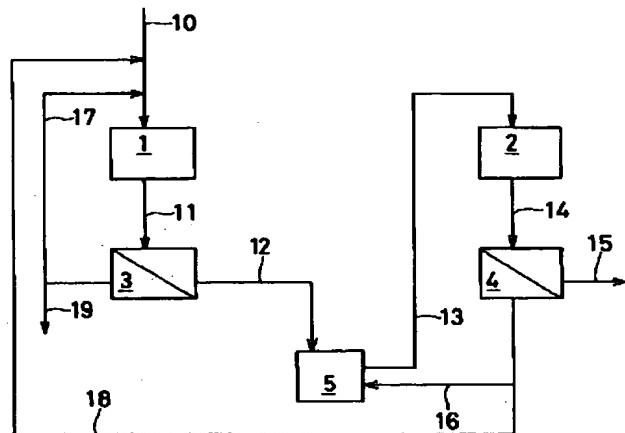
【図2】実施例1に係る圧搾濾過装置の概要を示す側断面図である。

【図3】実施例2に係る2, 6-DIPNの分離精製プロセスのフローシートを示す図である。

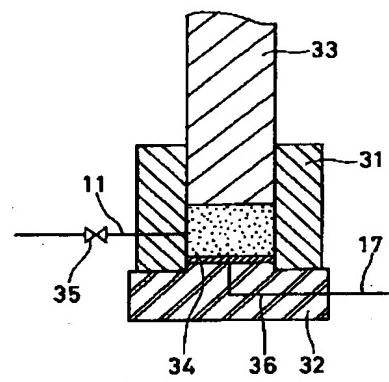
#### 【符号の説明】

1—第一晶析缶、2—第二晶析缶、3—圧搾濾過装置、4—遠心分離機、5—溶解缶、6—第三晶析缶、7—固液分離装置、10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 18, 19, 20, 22, 23—配管、17—排液管、21—ライン、31—高压容器、32—下蓋、33—ピストン、34—フィルタ、35—遮蔽弁、36—排液ライン。

【図1】



【図2】



【図3】

